

BEST AVAILABLE COPY

CERTIFIED COPY OF
PRIORITY DOCUMENT



Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 102 56 821.9

Anmeldetag: 04. Dezember 2002

Anmelder/Inhaber: Thomas Wolff, Furtwangen/DE

Bezeichnung: Verfahren und Einrichtung zum photoelektro-
chemischen Ätzen einer Halbleiterprobe, ins-
besondere aus Galliumnitrid

IPC: H 01 L 21/3063

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprüng-
lichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 28. Oktober 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Schäfer

A 9161
02/00
EDV-L



Zusammenfassung

Bei dem Verfahren wird die Halbleiterprobe (12), die insbesondere aus Galliumnitrid besteht, in Kontakt gebracht mit einer Elektrolyt-Flüssigkeit (6). Die dadurch gebildete Kontaktfläche (14) der Halbleiterprobe (12) wird durch die Elektrolyt-Flüssigkeit (6) hindurch mit UV-Licht (18) bestrahlt. Der bei der UV-Licht-Bestrahlung an der Kontaktfläche (14) entstehende Photostrom (I) wird gemessen. Um die Ätzqualität zu erhöhen, wird die Kontaktfläche (14) wiederholt einem Strahl (25) von frischer Elektrolyt-Flüssigkeit (6) ausgesetzt, vorzugsweise in Form von Druckstößen (48).

Die Einrichtung zum photoelektrochemischen Ätzen einer Halbleiterprobe (12), vorzugsweise einer Gallium-Nitrid-Probe, besitzt ein Gefäß (2) zur Aufnahme von Elektrolyt-Flüssigkeit (6), eine UV-Lichtquelle zum Bestrahlen der Halbleiterprobe (12) mit UV-Licht (18) durch die Elektrolyt-Flüssigkeit (6) hindurch und eine Messeinrichtung (44) zur Messung des bei der UV-Licht-Bestrahlung an der Kontaktfläche (14) entstehenden Photostroms (I). Sie ist gekennzeichnet durch eine auf die eingesetzte Halbleiterprobe (12) gerichtete Zuleitung (20) für frische Elektrolyt-Flüssigkeit (6) und durch eine an die Zuleitung (20) angeschlossene Vorrichtung (22) zur wiederholten Erzeugung eines auf die Halbleiterprobe (12) gerichteten Elektrolyt-Flüssigkeits-Strahls (25), vorzugsweise in Form eines Druckstoßes (48).

Figur 1

Verfahren und Einrichtung zum photoelektrochemischen Ätzen einer Halbleiterprobe, insbesondere aus Galliumnitrid

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum photoelektrochemischen Ätzen einer Halbleiterprobe, insbesondere einer Halbleiterprobe aus Galliumnitrid, bei dem die Halbleiterprobe in Kontakt gebracht wird mit einer Elektrolyt-Flüssigkeit, bei dem die dadurch gebildete Kontaktfläche der Halbleiterprobe durch die Elektrolyt-Flüssigkeit hindurch mit UV-Licht bestrahlt wird, und bei dem der bei der UV-Licht-Bestrahlung entstehende Photostrom gemessen wird.

Die Erfindung betrifft weiterhin eine Einrichtung zum photoelektrochemischen Ätzen einer Halbleiterprobe, vorzugsweise einer Gallium-Nitrid-Probe, mit einem Gefäß zur Aufnahme von Elektrolyt-Flüssigkeit, mit einer UV-Lichtquelle zum Bestrahlen der Halbleiterprobe mit UV-Licht durch die Elektrolyt-Flüssigkeit hindurch, und mit einer Messeinrichtung zur Messung des bei der UV-Licht-Bestrahlung an der Kontaktfläche entstehenden Photostroms.

Bei der hier behandelten Halbleiterprobe handelt es sich um eine scheibenförmige Probe. Dies kann ein sogenannter Wafer oder ein Teil davon sein. Vorzugsweise handelt es sich um eine Probe, die an der Oberseite mit Galliumnitrid beschichtet ist. Die Oberseite kann jedoch auch aus anderen Halbleitermaterialien, wie Silizium, Germanium, Galliumarsenid, Indiumphosphid oder anderen Mischverbindungen aus Elementen der 3. und 5. Periode des Periodensystems, sogenannten III-V-Halbleitern, bestehen.

Galliumnitrid erlangt in letzter Zeit eine immer größere Bedeutung. Denn mit diesem Material ist es möglich, LEDs und Halbleiter-Laser mit blauer Strahlungsemission, elektronische Hochfrequenz-Bauelemente, elektronische Bauelemente mit sehr hoher Betriebstemperatur und interessante mikromechanische Bauelemente herzustellen. Im Unterschied zu anderen III-V-Halbleitern, wie z. B. Galliumarsenid, ist Galliumnitrid sehr beständig gegen die üblicherweise in der Halbleiterfertigung verwendeten nasschemischen Verfahren. Das photoelektrochemische Ätzen findet Bedeutung in der Bestimmung von Dotierprofilen des Halbleiters. Dabei wird ausgenutzt, dass die Grenzfläche zwischen Elektrolyt und Halbleiteroberfläche einen Schottky-Kontakt bildet, der in

Flussrichtung bzw. bei Bestrahlung mit Licht eine Ätzung des Halbleiters erlaubt, und der in Sperrrichtung durch Messung der Kontaktflächen-Kapazität eine Bestimmung der Ladungsträgerkonzentration (Dotierung) ermöglicht. Durch abwechselnde Ätz- und Messschritte kann daher das Dotierprofil der Halbleiterprobe bestimmt werden. Auch in Fertigungsschritten zur Herstellung von Galliumnitrid-Bauelementen kann das photoelektrochemische Ätzen eine Bedeutung haben.

Ein Verfahren und eine Einrichtung der eingangs genannten Art sind aus dem Artikel „Dry and Wet Etching for Group III-Nitrides“ (I. Adesida, C. Youtsey, A.T. Ping, F. Khan, L.T. Romano, G. Bulman; MRS Internet J. Nitride Semiconductor Res. 4S1, G1.4 (1999), insbesondere Figur 4) und „Smooth n-type GaN surfaces by photoenhanced wet etching“ (C. Youtsey, I. Adesida; Applied Physics Letters, Vol. 72 (1998), S. 560-562) bekannt. Dabei wird eine Halbleiterprobe aus negativ dotiertem Gallium-Nitrid auf einer Halteplatte aus Teflon horizontal in ein Gefäß gestellt, das mit wässrig verdünnter Kalilauge gefüllt ist, und von oben mit UV-Licht bestrahlt. Wie aus der Elektrochemie der Elektrolyt-Halbleiter-Grenzflächen bekannt ist, stellt die Kontaktfläche zwischen der Halbleiterprobe aus negativ dotiertem Gallium-Nitrid und der verdünnten Kalilauge einen Schottky-Kontakt dar. Bei Bestrahlung mit Licht genügend hoher Energie werden in der Halbleiterprobe direkt unterhalb der Kontaktfläche Elektron-Loch-Paare erzeugt, die zu einem Photostrom führen, wenn der Stromkreis zwischen Elektrolyt-Flüssigkeit und Halbleiterprobe geschlossen wird. Durch die negativ dotierte Halbleiterprobe können die Elektronen abgeleitet werden. Die Löcher können an der Oberfläche Valenzelektronen der Halbleiteratome auslösen und so zu einer Lösung des Halbleitermaterials führen. Diese Lösung des Halbleitermaterials kann durch den Photostrom überwacht werden; sie wird als photoelektrochemische Ätzung des Halbleiters bezeichnet.

Bei der bekannten Einrichtung ist es als nachteilig anzusehen, dass stets die gesamte Halbleiterprobe mit der Elektrolyt-Flüssigkeit in Kontakt kommt, und dass es nicht einfach möglich ist, lokal einen begrenzten Bereich der Halbleiterprobe für Untersuchungen zu ätzen. Beim Ätzen mancher Halbleitermaterialien, z. B. beim Ätzen von Galliumnitrid, entstehen an der Kontaktfläche Gasblasen. Diese

Gasblasen steigen in Richtung des einfallenden UV-Lichts nach oben, was störend wirkt. Beim Ätzen an der Kontaktfläche eventuell entstehende Rückstände bleiben auf der Kontaktfläche liegen. Auch sie behindern die Lichteinstrahlung und den weiteren Ätzprozess. Es hat sich auch gezeigt, dass die Spuren der eventuell beim Ätzen entstehenden Gasblasen in der geätzten Oberfläche sichtbar sein können, weil die Gasblasen langsam anwachsen, bevor sie sich von der Oberfläche lösen, um dann dann oben zu steigen, und dass das Verfahren nicht reproduzierbar saubere und glatte Oberflächen hinterlässt.

Aus dem Buch „Etching of III-V-Semiconductors“ (P.H.L.Notten, J.E.A.M. van den Meerakker, J.J.Kelly; Elsevier Science Publishers Ltd. 1991, ISBN 0-946395-84-5, Seiten 43 bis 46, insbesondere Figur 3.4 auf Seite 44) ist es bekannt, dass es von Vorteil ist, während der photoelektrochemischen Ätzung einer Halbleiterprobe frische Elektrolyt-Flüssigkeit der Kontaktfläche zuzuführen. Bei dieser Vorrichtung wird die Halbleiterprobe horizontal auf einer Halteplatte montiert, die zugleich den unteren Abschluss eines Elektrolytbehälters bildet. Das obere Teil des Elektrolytbehälters besteht aus Glas. Es enthält ein Fenster, über das über einen Lichtleiter Licht an die Grenzfläche geführt werden kann, sowie eine Zuleitung für frische Elektrolyt-Flüssigkeit und einen Ablauf für die Flüssigkeit. Die Zuleitung ist so ausgeführt, dass an der Kontaktfläche beim Zuführen der Elektrolyt-Flüssigkeit ein laminarer Flüssigkeitsstrom ohne Turbulenzen entsteht. Dies ist dazu gedacht, dass während des gesamten Ätzvorgangs frische Elektrolyt-Flüssigkeit fließen kann, ohne dass der Lichtdurchtritt durch die Elektrolyt-Flüssigkeit durch etwaige Turbulenzen in der Elektrolyt-Flüssigkeit gestört wird. In der Beschreibung zu Figur 4 ist vermerkt, dass an den Ablauf für die Elektrolyt-Flüssigkeit ein Messgerät zur Analyse der Auslaufprodukte angeschlossen werden kann.

Diese Vorrichtung hat den Nachteil, dass der ständige Zufluss an Elektrolyt-Flüssigkeit zu einem recht starken Verbrauch von Elektrolyt-Flüssigkeit führt. Außerdem ist diese Vorrichtung ein experimenteller Aufbau; sie dient wissenschaftlichen Untersuchungen des Ätzprozesses. Sie hat weitere Nachteile, die bereits beim erstgenannten bekannten Verfahren beschrieben wurden und wurde nicht für den Gebrauch mit Galliumnitrid-Proben vorgesehen.

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren der eingangs genannten Art derart auszugestalten, dass sich eine Verbesserung der Ätzung der Halbleiterprobe, insbesondere aus Gallium-Nitrid, ergibt. Eine weitere Aufgabe der Erfindung besteht darin, eine Einrichtung der eingangs genannten Art derart auszugestalten, dass sich beim Ätzen über eine längere Zeit ein verbessertes Ätzergebnis einstellt.

Die erstgenannte Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass die Kontaktfläche wiederholt einem Strahl von frischer Elektrolyt-Flüssigkeit ausgesetzt wird, vorzugsweise in Form eines Druckstoßes.

Es hat sich als besonders vorteilhaft erwiesen, wenn die Kontaktfläche wiederholt für eine vorgegebene Zeit mit dem UV-Licht bestrahlt wird, wobei jeweils in einer Wartezeit zwischen zwei UV-Licht-Bestrahlungen die Abgabe des Elektrolyt-Flüssigkeits-Strahls erfolgt. Dabei kann vorgesehen sein, dass die vorgegebene Zeit zwischen 5 und 20 Sekunden, vorzugsweise 10 Sekunden, und dass die Wartezeit, in der keine UV-Licht-Bestrahlung erfolgt, 1 bis 10 Sekunden, vorzugsweise 2 Sekunden, betragen. Die Abgabe des Elektrolyt-Flüssigkeits-Strahls kann mit einer Pumpe erfolgen, vorzugsweise in Form eines Druckstoßes. Praktische Untersuchungen haben ergeben, dass es reicht, wenn die Abgabe des Elektrolyt-Flüssigkeits-Strahls jeweils eine Dauer von 0,1 bis 2,0 Sekunden, vorzugsweise von etwa 0,3 Sekunden, besitzt.

Gemäß einer zweckmäßigen Weiterbildung ist es vorgesehen, dass die Abgabe des Elektrolyt-Flüssigkeits-Strahls am Anfang der Wartezeit zwischen zwei UV-Licht-Bestrahlungen, vorzugsweise unmittelbar nach Ende der vorangehenden UV-Lichtbestrahlung, erfolgt.

Für das Verfahren ist es weiterhin günstig, wenn die Halbleiterprobe auswechselbar in vertikaler Position gehalten wird, da dann eventuell im Elektrolyt vorhandene oder entstehende Schmutzreste sich nach unten bewegen, während sich eventuell entstehende Gasblasen nach oben bewegen. Die Kontaktfläche kann somit leichter sauber gehalten werden.

Der Innendurchmesser des Dichtrings sollte einen Wert zwischen 1 bis 4 mm besitzen, wenn der Halbleiter für eine lokale Messung der Dotierstoffkonzentration

angeätzt wird. Es ist von Vorteil, wenn dieser Dichtring in zwei Größen zur Verfügung steht und leicht austauschbar ist, so dass z. B. Messungen mit einer Messfläche von $0,1\text{cm}^2$ oder mit einer Messfläche von $0,01\text{cm}^2$ durchführbar sind. Der Dichtring hat dann einen Innendurchmesser von 3,57mm bzw. 1,13mm.

Es sollte eine Spannung von -0,5V bis +0,5V zwischen der Halbleiterprobe und einer Standard-Kalomel-Elektrode eingestellt werden. Als Elektrolyt-Flüssigkeit kann wässrig verdünnte Kalilauge mit einer Konzentration von 0,002M bis 0,1M, vorzugsweise von 0,01M, verwendet werden.

Zur Lösung der zweitgenannten Aufgabe ist die Einrichtung erfindungsgemäß gekennzeichnet durch eine auf die einzusetzende Halbleiterprobe gerichtete Zuleitung für frische Elektrolyt-Flüssigkeit und durch eine an die Zuleitung angeschlossene Vorrichtung zur wiederholten Erzeugung eines auf die Halbleiterprobe gerichteten Elektrolyt-Flüssigkeits-Strahls, vorzugsweise in Form eines Druckstoßes.

Dabei kann vorgesehen sein, dass die Vorrichtung zur wiederholten Erzeugung des Elektrolyt-Flüssigkeits-Strahls eine Schlauchpumpe umfasst, an der ein Flüssigkeitsbehälter zur Aufnahme frischer Elektrolyt-Flüssigkeit angeschlossen ist.

Um die Kontaktfläche bei der Ätzung sauber zu halten, wird bevorzugt mit vertikal ausgerichteter Halbleiterprobe gearbeitet. Für Routineuntersuchungen ist es günstig, wenn die Halbleiterprobe leicht auswechselbar gehalten wird, und wenn zum Halten der Halbleiterprobe eine Ansaugvorrichtung angeschlossen wird. Eine Weiterbildung sieht daher vor, dass die Halteplatte mit aufliegender Halbleiterprobe außen an dem Gefäß anbringbar ist, und zwar bevorzugt an einer vertikalen Seitenwand des Gefäßes. Es hat sich für die Handhabung als vorteilhaft herausgestellt, wenn die Halteplatte räumlich fixiert ist, und wenn das Gefäß in Richtung auf die Halteplatte verschiebbar ist.

Von besonderem Vorteil ist es auch, wenn das Gefäß in der auf die Halteplatte weisenden Wand eine Durchbrechung aufweist, die mit einem Dichtring, vorzugsweise aus elastischem Kunststoff, versehen ist. Dabei müssen der

Dichtring und die Halbleiterprobe miteinander so in Berührung gebracht werden, dass beim Befüllen des Gefäßes mit Elektrolyt-Flüssigkeit der Rand der Kontaktfläche flüssigkeitsdicht ist, und dass die gesamte Kontaktfläche mit UV-Licht ausgeleuchtet werden kann.

Von Bedeutung ist auch eine Ausgestaltung, die sich dadurch auszeichnet, daß in einer Wand des Gefäßes, die der Durchbrechung mit dem Dichtring gegenübersteht, ein UV-Licht-durchlässiges Fenster angeordnet ist.

Das Gefäß sollte bevorzugt aus einem Kunststoff wie Teflon (PTFE) hergestellt sein. Um einen Dichtring mit sehr feiner Dichtlippe vor Verletzung zu schützen, ist es sehr sinnvoll, dass zur Verschiebung des Gefäßes in Richtung auf die Halteplatte eine Verschiebevorrichtung vorgesehen ist, die den Dichtring nur bis zu einer vorgegebenen maximalen Andruckkraft gegen die Halbleiterprobe drückt. Diese Kraft sollte im Bereich 50-300cN einstellbar sein, z. B. durch eine Federvorrichtung.

Des weiteren ist es sehr günstig, wenn zur Kontaktierung der Halbleiterprobe mindestens eine Stromelektrode und mindestens eine Spannungselektrode vorgesehen sind, und wenn im Gefäß eine weitere Stromelektrode und eine weitere Spannungselektrode vorgesehen sind sowie eine innerhalb der Elektrolyt-Flüssigkeit endende Referenzelektrode, z. B. eine Standard-Kalomel-Elektrode, die den Lichtstrahl nicht behindern darf. Für die weitere Stromelektrode und die weitere Spannungselektrode wird vorzugsweise ein Platindraht verwendet.

Die Zuleitung für Elektrolyt-Flüssigkeit kann als Rohr aus Kunststoff, vorzugsweise aus Teflon (PTFE), ausgeführt sein und einen Innendurchmesser von 0,6 bis 2mm, vorzugsweise von 1mm, besitzen. Der Winkel, unter dem die Zuleitung gegen die Flächennormale der angesetzten Halbleiterprobe gerichtet ist, kann 10 bis 45°, vorzugsweise 30°, betragen.

An die Zuleitung für die Elektrolyt-Flüssigkeit kann über eine Ventilvorrichtung ein Reservoir für eine Reinigungsflüssigkeit, z. B. Wasser (H_2O), und eine Gasflasche für ein zum Trocknen geeignetes Gas, z. B. Stickstoff (N_2), angeschlossen werden. Dann können der Elektrolytraum und die Kontaktfläche einfach gereinigt und getrocknet werden.

Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen sind in den Unteransprüchen beschrieben.

Bevorzugte Ausführungsbeispiele der Erfindung werden im folgenden anhand von vier Figuren näher erläutert. Es zeigen:

Figur 1 einen Schnitt durch eine Elektrolyt-Zelle für eine erfindungsgemäße Einrichtung zum photoelektrochemischen Ätzen in Aufsicht,

Figur 2 einen typischen zeitlichen Verlauf (EIN/ AUS) für die Bestrahlung der Kontaktfläche mit UV-Licht (L= Schaltzustand Lichtquelle, 0=Aus, 1=Ein),

Figur 3 einen typischen zeitlichen Verlauf für die Zuführung von frischer Elektrolyt-Flüssigkeit zur Kontaktfläche in Form von Druckstößen (P= Schaltzustand Pumpe, 0=Aus, 1=Ein),

Figur 4 einen typischen zeitlichen Verlauf des mit der Messeinrichtung gemessenen resultierenden Photostroms I.

Nach Figur 1 ist in einem im wesentlichen quaderförmigen Körper oder Gefäß 2 aus Kunststoff, z. B. aus Teflon (PTFE), ein zylindrischer Elektrolyt-Raum 4 zentral angeordnet. Der Elektrolyt-Raum 4 nimmt im Betrieb Elektrolyt-Flüssigkeit 6 auf, z. B. wässrig verdünnte Kalilauge KOH mit einer Konzentration von 0,01M. Er ist in Figur 1 zur rechten Seite des Gefäßes 2 hin kegelförmig verengt und endet an der rechten vertikalen Seitenwand in einer runden Durchbrechung 8, an die von außen ein runder Dichtring 10 aus elastischem Kunststoff angesetzt ist. Wenn der Dichtring 10 an eine zu ätzende Halbleiterprobe 12 angesetzt ist, hier bevorzugt eine Galliumnitrid-Probe, die vertikal ausgerichtet ist, so ist der Elektrolyt-Raum 4 nach rechts flüssigkeitsdicht abgeschlossen. Der Dichtring 10 begrenzt eine Kontaktfläche 14 auf der Halbleiterprobe 12. Der Dichtring 10 ist mit einem (nicht gezeigten) Schieber auswechselbar montiert. Es kann je nach Messaufgabe ein Dichtring 10 verwendet werden mit einem Innendurchmesser von 3,57mm oder 1,13mm. Dies ist auch der Durchmesser der Kontaktfläche 14, an der der Ätzzvorgang vonstatten geht. Die Kontaktfläche 14 hat dann eine Größe von 0,1cm² bzw. 0,01cm².

Von links wird der Elektrolyt-Raum 4 durch ein Fenster 16 aus Saphir, das für UV-Licht durchlässig ist, abgeschlossen. Durch dieses vertikal angeordnete Fenster

16 und den Elektrolyt-Raum 4 hindurch wird aus einer (nicht gezeigten) UV-Lichtquelle möglichst paralleles UV-Licht 18 auf die Kontaktfläche 14 gestrahlt. Als UV-Lichtquelle kann z. B. eine 100W-Quecksilber-Lampe verwendet werden. Das UV-Licht 18 der Lichtquelle kann durch ein (nicht gezeigtes) Linsenssystem, welches z. B. aus zwei Linsen aus Quarzglas besteht, parallelisiert durch das Lichtfenster 16 und den Elektrolyt-Raum 4 auf die Kontaktfläche 14 eingestrahlt werden. Durch Verstellung der Position einer der Linsen kann die Intensität des Lichtstrahls variiert werden. Durch einen (nicht gezeigten) Verschluss, Shutter genannt, kann die Bestrahlung der Kontaktfläche 14 mit UV-Licht 18 ein- und ausgeschaltet werden.

Unter einem Winkel α von ca. 30° gegen die Flächennormale der Kontaktfläche 14 ist in der oben gezeigten Wand des Gefäßes 2 eine Zuleitung 20 für frische Elektrolyt-Flüssigkeit 6 so in Richtung der Kontaktfläche 14 eingelassen, dass die frische Elektrolyt-Flüssigkeit 6 gegen die Kontaktfläche 14 mit einer Pumpe 22, z. B. in Form einer Schlauchpumpe, aus einem Flüssigkeitsbehälter 24 gepumpt werden kann. Die Zuleitung 20 ist ein Rohr aus Kunststoff, speziell aus Teflon (PTFE), und hat einen Innendurchmesser von 1mm. Die Zuleitung 20 ist an der Spitze so ausgeführt, dass sie den Strahl mit UV-Licht 18 nicht behindert. Die zugeleitete Elektrolyt-Flüssigkeit 6 trifft so möglichst direkt auf die Kontaktfläche 14. Die Zuleitung 20 endet direkt an dem Dichtring 10, so dass die Zuleitung 20 bei Zuführung von Elektrolyt-Flüssigkeit 6 in Form eines Druckstoßes in Position gehalten wird. Mit der Pumpe 22 kann der Elektrolyt-Raum 4 mit Elektrolyt-Flüssigkeit 6 befüllt werden. Es ist auch möglich, während des Ätzprozesses in gewissen Zeitabständen (Figur 3) weitere frische Elektrolyt-Flüssigkeit 6 der Kontaktfläche 14 in Form eines Strahls 25 zuzuführen.

In der Unterseite des Gefäßes 1 befindet sich ein (nicht gezeigtes) Ablassventil, mit dem die Flüssigkeit 6 aus dem Elektrolyt-Raum 4 abgelassen werden kann.

Über eine Ventilvorrichtung 26 kann wahlweise auch Reinigungsflüssigkeit, z. B. deionisiertes Wasser (H_2O) aus einem Reservoir 28, oder Stickstoff (N_2) aus einer Gasflasche 30 in den Elektrolyt-Raum 4 geleitet werden. Damit ist es möglich, die Kontaktfläche 14 und den Elektrolyt-Raum 4 zu reinigen und zu trocknen. An die

Oberseite des Elektrolyt-Raums 4 schließt sich eine (nicht gezeigte) Überlaufkammer an, von der ein (nicht gezeigter) Überlauf mit einer (nicht gezeigten) Druckausgleichsöffnung ausgeht, so dass überschüssige Elektrolyt- oder Reinigungs-Flüssigkeit dort abfließt.

Rechts von dem Gefäß 2 ist die Halbleiterprobe 12 auf einer räumlich fixierten Halteplatte 32 aus Metall vertikal und auswechselbar gehalten. Die Halteplatte 32 kann zum einfachen Wechseln der Halbleiterprobe 12 in eine horizontale Stellung abgeklappt werden; sie ist an eine Ansaugvorrichtung 33 angeschlossen, damit die Halbleiterprobe 12 sicher gehalten wird. Mit einer Verfahr- oder Verschiebevorrichtung 34, symbolisiert durch die beiden Pfeile 34, kann das Gefäß 2 so gegen die Halbleiterprobe 12 verfahren werden, dass der Dichtring 10 die Halbleiterprobe 12 berührt und dagegen gedrückt wird. Diese Verfahr- oder Verschiebevorrichtung 34 besteht z. B. aus zwei aufeinander und parallel zueinander montierten leichtgängigen Linearschlitten, die unterhalb des Gefäßes 2 angeordnet sind. Das Oberteil des oberen Schlittens ist fest mit dem Gefäß 2 verbunden, das Unterteil des unteren Schlittens ist fest mit einer feststehenden Bodenplatte verbunden. Beim Anfahren des Dichtrings 10 gegen die Halbleiterprobe 12 verfährt der untere Schlitten. Das Mittelteil der zwei Schlitten ist mit dem Oberteil des oberen Schlittens über eine Zugfeder verbunden, die gedehnt wird, sobald der Dichtring 10 die Halbleiterprobe 12 berührt. Beim Anfahren des Dichtrings 10 an die Halbleiterprobe 12 wird der untere Schlitten so lange verfahren, bis die Zugfeder auf eine bestimmte Länge gedehnt ist. So kann unabhängig von der Dicke der Halbleiterprobe 12 die Andruckkraft durch einen verschiebbaren Anschlag für die Länge der Zugfeder festgelegt werden. Mittels der Verfahr- oder Verschiebevorrichtung 34 wird der Dichtring 10 mit einer vorgegebenen maximalen Andruckkraft, die im Bereich 50 bis 300cN verstellbar ist, an der Halbleiterprobe 12 angedrückt.

Zur Kontaktierung der Halbleiterprobe 12 an ihrer Oberseite ist eine Stromelektrode 36 und eine Spannungselektrode 38 vorgesehen. Diese Elektroden 36, 38 sind als verzinnte Kontaktspitzen ausgeführt, die jeweils in der Spitze einer Federblech-Zuführung eingelassen sind. Im Gefäß 2 sind eine weitere Stromelektrode 40 und eine weitere Spannungselektrode 42 vorgesehen.

Die weitere Spannungselektrode 42 ist im Elektrolyt-Raum 4 möglichst in der Nähe der Kontaktfläche 14 montiert und konzentrisch zu dem Dichtring 10 als ringförmig gebogener Platindraht ausgeführt, so dass mit ihr das Potential der Kontaktfläche 14 bestmöglich eingestellt werden kann. Die weitere Stromelektrode 40 ist ebenfalls als Platindraht ausgeführt, aber im Elektrolyt-Raum 4 möglichst weit weg von dem Dichtring 10 platziert. So ergibt sich möglichst gleichmäßige Stromverteilung im Elektrolyt-Raum 4 bis zum Dichtring 10, und an der weiteren Stromelektrode 40 eventuell entstehende Gasblasen werden in möglichst großer Entfernung von dem Dichtring 10 in die (nicht gezeigte) Überlaufkammer abgeleitet.

Mittels einer Messeinrichtung 44 kann der bei der Bestrahlung mit UV-Licht 18 an der Kontaktfläche 14 entstehende Photostrom I gemessen werden. Diese Messeinrichtung 44 misst mit dabei den Strom zwischen der Stromelektrode 36 und der weiteren Stromelektrode 40. Zur Einstellung der Gleichspannung an der Kontaktfläche ist im Gefäß 2 noch eine Standard-Kalomel-Elektrode 45 eingebracht, die so in der Nähe des Dichtrings 10 endet, dass sie die Bestrahlung mit UV-Licht 18 nicht behindert. Mit einer Messeinrichtung 46, auch Potentiostat genannt, kann die Spannung zwischen der Spannungselektrode 38 und der weiteren Spannungselektrode 42 so eingestellt werden, dass sich zwischen der Standard-Kalomel-Elektrode 45 und der Spannungselektrode 38 an der Halbleiterprobe 12 eine Spannung von typisch 0V ergibt.

Figur 2 bis 4 zeigen, wie die eben beschriebene Einrichtung verwendet werden kann, um die Halbleiterprobe 12 zu ätzen. Es wird in der folgenden Beschreibung davon ausgegangen, dass diese aus Galliumnitrid besteht und dass als Elektrolyt-Flüssigkeit 6 wässrig stark verdünnte Kalilauge mit einer Konzentration von z. B. 0.01M verwendet wird. Figur 4 zeigt, wie der Strom I bei Einschalten des Bestrahlung (vergl. Figur 2) der Kontaktfläche 14 zunächst sprunghaft ansteigt, um dann zurückzugehen.

Aus der Elektrochemie der Halbleiter-Elektrolyt-Grenzfläche von Galliumarsenid ist folgende Funktionsweise des photoelektrochemischen Ätzprozesses in alkalischer Lösung bekannt: Das Halbleitermaterial 12 wird elektrochemisch

oxidiert, und das Oxid wird chemisch gelöst, so dass in einem Gleichgewicht zwischen diesen beiden Reaktionen stets nur eine Oxidschicht aus wenigen Moleküllagen vorhanden ist. Die Löslichkeit des Oxids ist im wesentlichen durch den pH-Wert der Elektrolyt-Flüssigkeit 6 bestimmt. Die Löslichkeit ist bei reinem Wasser mit einem pH-Wert von 7 sehr gering und steigt dann im alkalischen Bereich mit zunehmendem pH-Wert an.

Es wird angenommen, dass die Bildung der Oxidschicht bei Galliumnitrid auch so erfolgt. Bei Galliumnitrid besteht jedoch das Problem einer sehr hohen Versetzungsdichte, wobei die Versetzungen typisch vom üblicherweise verwendeten Saphir-Substrat nach oben bis an die Oberfläche der Galliumnitridschicht verlaufen. Wenn durch Lichteinstrahlung in der Nähe einer solchen Versetzung ein Elektron-Loch-Paar entsteht, so ist die Wahrscheinlichkeit groß, dass das dabei entstandene Ladungsträger-Loch nicht die Oberfläche erreicht, sondern an der Versetzungslinie mit einem dort gefangenen Elektron-Ladungsträger rekombiniert und somit nicht zum Ätzprozeß beiträgt. Wenn man mit einer Stromdichte ätzt, wie sie auch bei Galliumarsenid verwendet wird, wird daher die unmittelbare Umgebung dieser Versetzungen nicht geätzt, und da diese Versetzungen die ganze Schicht ca. senkrecht bis zum Saphirsubstrat durchlaufen, kann die Umgebung solcher Versetzungen nach dem Ätzprozess als nadelförmiges Gebilde, auch Whisker genannt, stehen bleiben.

Damit ein möglichst großer Teil der Galliumnitrid-Oberfläche auch in der Nähe der Versetzungen geätzt wird, muss daher bei Galliumnitrid eine deutlich höhere Beleuchtungsdichte verwendet werden als bei Galliumarsenid. Bei dem photoelektrochemischen Ätzen von Galliumarsenid wird die Beleuchtungsstärke üblicherweise so gewählt, dass ein Photostrom von 0,1 bis 1,5mA/cm² entsteht. Bei dem hier beschriebenen Verfahren zum photoelektrochemischen Ätzen von Galliumnitrid wird die Beleuchtungsstärke so gewählt, dass bei Einschalten der Beleuchtung die Photostromdichte zunächst von 0 auf einen vergleichsweise sehr hohen Wert von 5-50mA/cm² ansteigt. Dabei wird der Galliumnitrid-Halbleiter zunächst an der Oberfläche der Kontaktfläche oxidiert. Da die Elektrolyt-Flüssigkeit 6 eine sehr geringe Konzentration hat, verarmt dabei die im Dichtring 10 befindliche Elektrolyt-Flüssigkeit 6 wesentlich, und der pH-Wert sinkt in

Richtung des Wertes 7 ab. Dies hat zur Folge, dass die Auflösung der Oxidschicht nicht mehr mit der Oxidbildung Schritt halten kann und die Dicke der Oxidschicht langsam zunimmt. Dabei nimmt der Photostrom I, wie in Figur 4 gezeigt, ab.

Bei der Bildung von dickeren Oxidschichten ist von anderen Halbleitern, insbesondere Silizium, folgender Umstand bekannt: Hervorstehende Bereiche der Halbleiterschicht 12 werden im Vergleich zu zurückgesetzten Bereichen der Halbleiterschicht 12 bevorzugt oxidiert. Beim Fortschreiten der Oxidationsfront in Silizium von einer rauen Oberfläche tritt daher eine Glättung der Oxidationsfront ein. Es wird angenommen, dass dies bei Galliumnitrid ebenso der Fall ist.

Nach einer in Figur 4 gezeigten Zeit T1 von 5-20 Sekunden, typisch von 10 Sekunden, ab Einschalten der Beleuchtung mit UV-Licht 18 bei frischer Elektrolyt-Flüssigkeit 6 wird durch kurzes Einschalten der Pumpe 22 durch die Zuleitung 20 frische Elektrolyt-Flüssigkeit 6 an die Kontaktfläche 14 gepumpt, wie dies in Figur 3 gezeigt ist. Die Pumpe 22 wird dabei typisch nur ca. 0,3 Sekunden eingeschaltet, so dass die dargestellten Druckstöße 48 entstehen. Sobald die frische Elektrolyt-Flüssigkeit 6 die Kontaktfläche 14 erreicht, steigt hier der pH-Wert wieder sprunghaft auf den Ausgangswert an, und das Oxid geht weitestgehend in Lösung.

Während des Nachpumpens der frischen Elektrolyt-Flüssigkeit 6 ist es günstig, die Beleuchtung der Kontaktfläche 14 mit UV-Licht 18 abzuschalten, damit durch die beim Nachpumpen entstehenden Turbulenzen in der Elektrolyt-Flüssigkeit 6 die gleichmäßige Bestrahlung der Kontaktfläche 14 mit UV-Licht 18 nicht gestört wird. Dies ist in Figur 2 gezeigt. Während die Beleuchtung der Kontaktfläche 14 mit UV-Licht 18 abgeschaltet ist, sinkt der Photostrom I praktisch auf 0 ab, wie in Figur 4 gezeigt. Ab dem in Figur 3 gezeigten Pumpenstoß 48 der Elektrolyt-Flüssigkeit 6 sollte eine Wartezeit T von 1 bis 10 Sekunden, typisch ca. 2 Sekunden gewartet werden, damit sich die Turbulenzen in der Elektrolyt-Flüssigkeit 6 beruhigt haben. Dann kann die Beleuchtung wieder eingeschaltet werden, und der nächste Ätzschritt erfolgen.

Wesentlich bei dem vorliegenden Ätzverfahren ist die Tatsache, dass man die Möglichkeit hat, der Kontaktfläche 14 frische Elektrolyt-Flüssigkeit 6 wiederholt jeweils in einem kurzen Pumpenstoß 48 zuzuführen. Es kann so mit sehr stark verdünnter Elektrolyt-Flüssigkeit 6 gearbeitet werden. Diese niedere Konzentration führt dazu, dass der pH-Wert in der Elektrolyt-Flüssigkeit 6 an der Kontaktfläche 14 bei Bildung der Oxidschicht bei Einschalten der Beleuchtung so stark verarmt, dass die Oxidschicht nicht mehr in dem Maße chemisch gelöst wird, wie neues Oxid gebildet wird. Bei der dabei entstehenden Verdickung der Oxidschicht erfolgt eine Glättung der Oxidationsfront, was die Whisker-Bildung verhindert. Durch die Möglichkeit, frische Elektrolyt-Flüssigkeit 6 jeweils in einem kurzen Pumpenstoß 48 nachzuführen, hat man die Möglichkeit, diesen Oxidations-/ Ätz-Zyklus mit glättender Wirkung so lange zu wiederholen, bis man die gewünschte Ätztiefe erreicht hat, ohne dass übermäßig Elektrolyt-Flüssigkeit 6 verbraucht wird.

Bezugszeichenliste

2	Gefäß, Körper
4	Elektrolyt-Raum
6	Elektrolyt-Flüssigkeit
8	Durchbrechung
10	Dichtring
12	Halbleiterprobe
14	Kontaktfläche
16	Fenster
18	UV-Licht
20	Zuleitung
22	Pumpe, Schlauchpumpe
24	Flüssigkeitsbehälter für Elektrolyt-Flüssigkeit
25	Strahl
26	Ventileinrichtung
28	Reservoir für Reinigungsflüssigkeit
30	Gasflasche
32	Halteplatte
33	Ansaugvorrichtung
34	Verfahr- oder Verschiebevorrichtung, Pfeile
36	Stromelektrode
38	Spannungselektrode
40	weitere Stromelektrode
42	weitere Spannungselektrode
44	Meßeinrichtung
45	Standard-Kalomel-Elektrode
46	Meßeinrichtung, Potentiostat
48	Druckstoß, Pumpenstoß
α	Winkel
I	Photostrom
N ₂	Stickstoff
H ₂ O	deionisiertes Wasser, Reinigungsflüssigkeit

Patentansprüche

1. Verfahren zum photoelektrochemischen Ätzen einer Halbleiterprobe (12), vorzugsweise aus Galliumnitrid,
 - bei dem die Halbleiterprobe (12) in Kontakt gebracht wird mit einer Elektrolyt-Flüssigkeit (6),
 - bei dem die dadurch gebildete Kontaktfläche (14) der Halbleiterprobe (12) durch die Elektrolyt-Flüssigkeit (6) hindurch mit UV-Licht (18) bestrahlt wird,
 - und bei dem der bei der UV-Licht-Bestrahlung an der Kontaktfläche (14) entstehende Photostrom (I) gemessen wird,dadurch gekennzeichnet,
 - dass die Kontaktfläche (14) wiederholt einem Strahl (25) von frischer Elektrolyt-Flüssigkeit (6) ausgesetzt wird, vorzugsweise in Form eines Druckstoßes (48).
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Kontaktfläche (14) wiederholt für eine vorgegebene Zeit (T1) mit dem UV-Licht (18) bestrahlt wird, wobei jeweils in einer Wartezeit (T) zwischen zwei UV-Licht-Bestrahlungen die Abgabe des Elektrolyt-Flüssigkeits-Strahls (25) erfolgt.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die vorgegebene Zeit (T1) zwischen 5 und 20 Sekunden, vorzugsweise 10 Sekunden, beträgt.
4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Wartezeit (T), in der keine UV-Licht-Bestrahlung erfolgt, 1 bis 10 Sekunden, vorzugsweise 2 Sekunden, beträgt.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Abgabe des Elektrolyt-Flüssigkeits-Strahls (25) am Anfang der Wartezeit (T) zwischen zwei UV-Licht-Bestrahlungen, vorzugsweise unmittelbar nach Ende der vorangehenden UV-Lichtbestrahlung, erfolgt.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Abgabe des Elektrolyt-Flüssigkeits-Strahls (25), vorzugsweise in Form des Druckstoßes, von einer Pumpe (22) erzeugt wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Halbleiterprobe (12) auswechselbar in vertikaler Position gehalten wird.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Kontaktfläche (14) einen Durchmesser von 1 bis 4 mm besitzt.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass eine Spannung von -0,5V bis +0,5V zwischen der Halbleiterprobe (12) und einer Standard-Kalomel-Elektrode (45) eingestellt wird.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Abgabe des Elektrolyt-Flüssigkeits-Strahls (25) jeweils eine Dauer von 0,1 bis 2,0 Sekunden, vorzugsweise von etwa 0,3 Sekunden, besitzt.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass als Elektrolyt-Flüssigkeit (6) wässrig verdünnte Kalilauge mit einer Konzentration von 0,002M bis 0,1M, vorzugsweise von 0,01M, verwendet wird.
12. Einrichtung zum photoelektrochemischen Ätzen einer Halbleiterprobe (12), vorzugsweise einer Gallium-Nitrid-Probe,
 - mit einem Gefäß (2) zur Aufnahme von Elektrolyt-Flüssigkeit (6),
 - mit einer UV-Lichtquelle zum Bestrahlen der Halbleiterprobe (12) mit UV-Licht (18) durch die Elektrolyt-Flüssigkeit (6) hindurch, und
 - mit einer Messeinrichtung (44) zur Messung des bei der UV-Licht-Bestrahlung an der Kontaktfläche (14) entstehenden Photostroms (I), vorzugsweise zum Durchführen des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 11, gekennzeichnet
 - durch eine auf die einzusetzende Halbleiterprobe (12) gerichtete Zuleitung (20) für frische Elektrolyt-Flüssigkeit (6) und

- durch eine an die Zuleitung (20) angeschlossene Vorrichtung (22) zur wiederholten Erzeugung eines auf die Halbleiterprobe (12) gerichteten Elektrolyt-Flüssigkeits-Strahls (25), vorzugsweise in Form eines Druckstoßes (48).
13. Einrichtung nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorrichtung (22) zur wiederholten Erzeugung des Elektrolyt-Flüssigkeits-Strahls (25) eine Schlauchpumpe (22) umfasst, an der ein Flüssigkeitsbehälter (24) zur Aufnahme frischer Elektrolyt-Flüssigkeit (6) angeschlossen ist.
 14. Einrichtung nach Anspruch 12 oder 13, dadurch gekennzeichnet, dass eine Halteplatte (32) vorgesehen ist, mit der die Halbleiterprobe (12) auswechselbar in vertikaler Position haltbar ist.
 15. Einrichtung nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass die Halteplatte (32) mit aufliegender Halbleiterprobe (12) außen an dem Gefäß (2) anbringbar ist.
 16. Einrichtung nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass die Halteplatte (32) räumlich fixiert ist, und dass das Gefäß (2) in Richtung auf die Halteplatte (32) verschiebbar ist.
 17. Einrichtung nach einem der Ansprüche 13 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass eine Wand des Gefäßes (2) eine Durchbrechung (8) aufweist, die mit einem Dichtring (10), vorzugsweise aus elastischem Kunststoff, versehen ist, wobei der Dichtring (10) und die Halbleiterprobe (12) miteinander so in Berührung bringbar sind, dass beim Befüllen des Gefäßes (2) mit Elektrolyt-Flüssigkeit (6) der Rand der Kontaktfläche (14) dicht ist.
 18. Einrichtung nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, dass die Durchbrechung (8) in einer vertikalen Seitenwand des Gefäßes (2) angeordnet ist.

19. Einrichtung nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, dass in einer Wand, die der Durchbrechung (8) gegenübersteht, ein UV-Licht-durchlässiges Fenster (16) angeordnet ist.
20. Einrichtung nach einem der Ansprüche 12 bis 19, dadurch gekennzeichnet, dass das Gefäß (2) aus einem Kunststoff, vorzugsweise aus Teflon (PTFE), besteht.
21. Einrichtung nach einem der Ansprüche 17 bis 20, dadurch gekennzeichnet, dass der Dichtring (10) einen Innendurchmesser von 1 bis 4 mm besitzt.
22. Einrichtung nach Anspruch 16 und einem der Ansprüche 17 bis 21, dadurch gekennzeichnet, dass zur Verschiebung des Gefäßes (2) in Richtung auf die Halteplatte (32) eine Verschiebevorrichtung (34) vorgesehen ist, die den Dichtring (10) nur bis zu einer vorgegebenen maximalen Andruckkraft gegen die Halbleiterprobe (12) drückt.
23. Einrichtung nach Anspruch 22, dadurch gekennzeichnet, dass mittels der Verschiebevorrichtung (34) der Dichtring (10) mit der vorgegebenen maximalen Andruckkraft, die im Bereich von 50 bis 300cN einstellbar ist, an die Halbleiterprobe (12) gedrückt ist.
24. Einrichtung nach Anspruch 22 oder 23, dadurch gekennzeichnet, dass die Verschiebevorrichtung (34) eine Feder enthält.
25. Einrichtung nach einem der Ansprüche 12 bis 24, dadurch gekennzeichnet, dass zur Kontaktierung der Halbleiterprobe (12) mindestens eine Stromelektrode (36) und mindestens eine Spannungselektrode (38) vorgesehen sind, dass im Gefäß (2) eine weitere Stromelektrode (40) und eine weitere Spannungselektrode (42) vorgesehen sind, und dass innerhalb der Elektrolyt-Flüssigkeit (6), aber außerhalb des Lichtstrahls (18), eine Standard-Kalomel-Elektrode (45) vorgesehen ist.
26. Einrichtung nach Anspruch 25, dadurch gekennzeichnet, dass die weitere Stromelektrode (40) und/ oder die weitere Spannungselektrode (42) aus Platin besteht.

27. Einrichtung nach einem der Ansprüche 13 bis 26, dadurch gekennzeichnet, dass der Flüssigkeitsbehälter (24) mit wässrig verdünnter Kalilauge gefüllt ist.
28. Einrichtung nach einem der Ansprüche 12 bis 27, dadurch gekennzeichnet, dass die Zuleitung (20) als Rohr aus Kunststoff, vorzugsweise aus Teflon (PTFE), ausgeführt ist.
29. Einrichtung nach einem der Ansprüche 12 bis 28, dadurch gekennzeichnet, dass die Zuleitung (20) einen Innendurchmesser von 0,6 bis 2,0mm, vorzugsweise von 1,0mm, besitzt.
30. Einrichtung nach einem der Ansprüche 12 bis 29, dadurch gekennzeichnet, dass der Winkel (α), unter dem die Zuleitung (20) gegen die Flächennormale der angesetzten Halbleiterprobe (12) gerichtet ist, 10 bis 45°, vorzugsweise 30°, beträgt.
31. Einrichtung nach einem der Ansprüche 12 bis 30, dadurch gekennzeichnet, dass die Halbleiterprobe (12) eine Gallium-Nitrid-Probe ist, die einen Zusatz eines weiteren Material aus der 3. Periode des Periodensystems, wie Aluminium oder Indium, enthält.
32. Einrichtung nach einem der Ansprüche 12 bis 31, dadurch gekennzeichnet, dass im Gefäß (2) ein Ablassventil vorgesehen ist, über das die Elektrolyt-Flüssigkeit (6) aus dem Gefäß (2) ablassbar ist.
33. Einrichtung nach einem der Ansprüche 14 bis 32, dadurch gekennzeichnet, dass an der Halteplatte (32) zum Halten der Halbleiterprobe (12) eine Ansaugvorrichtung (33) vorgesehen ist.
34. Einrichtung nach einem der Ansprüche 12 bis 33, dadurch gekennzeichnet, dass an die Zuleitung (20) ein Reservoir (28) für eine Reinigungsflüssigkeit (H₂O) und/ oder eine Gasflasche (30) für ein zum Trocknen geeignetes Gas, insbesondere Stickstoff (N₂), über eine Ventileinrichtung (26) anschließbar ist.

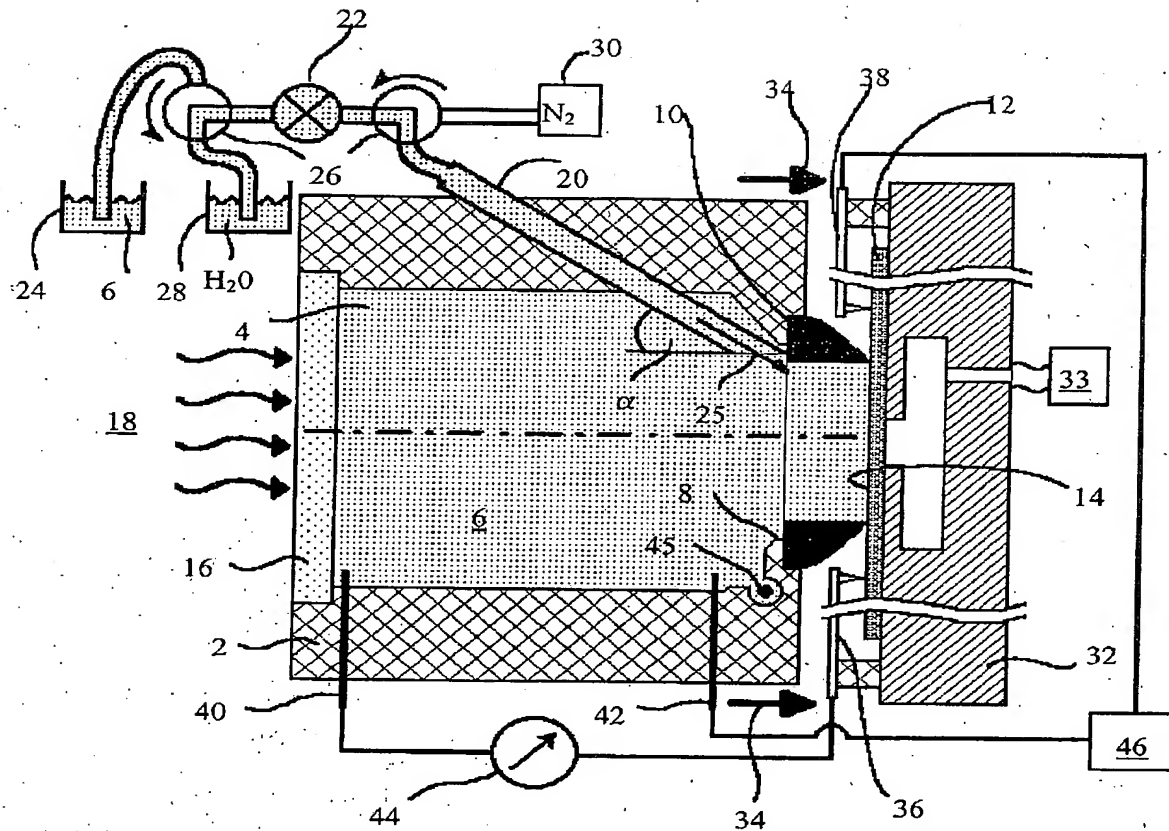


Fig. 1

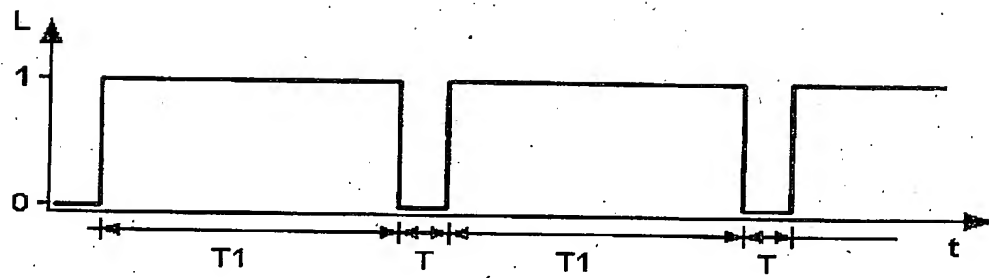


Fig. 2

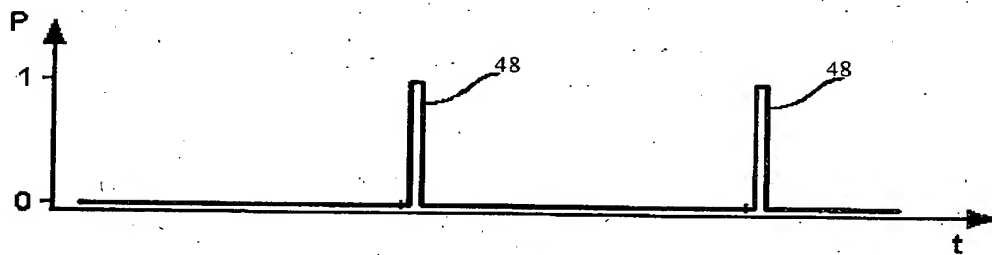


Fig. 3

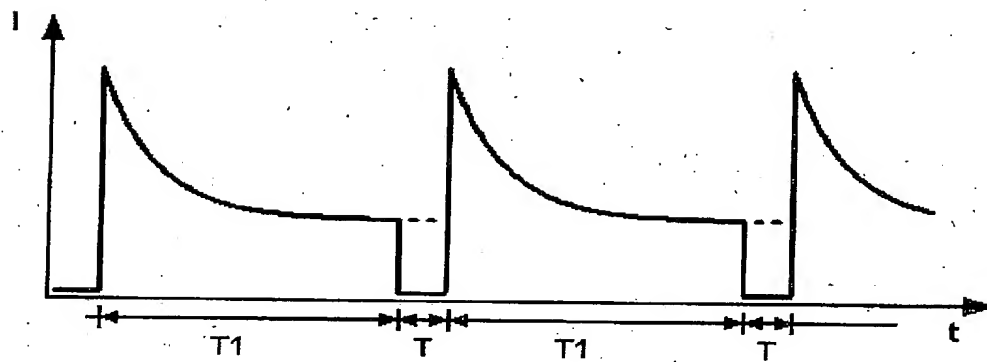


Fig. 4

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.